



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06262693 A**(43) Date of publication of application: **20.09.94**

(51) Int. Cl

B29C 69/02
B29C 45/00
B29C 67/04
// C08L 27/18
B29K 27:12

(21) Application number: **05050913**(22) Date of filing: **11.03.93**(71) Applicant: **DAIKIN IND LTD**

(72) Inventor: **IDEMORI KENJIROU**
YAMAGUCHI SADAMITSU
SODA YOSHIHIRO

(54) MANUFACTURE OF FLUORORESIN BAKED BODY**(57) Abstract:**

PURPOSE: To manufacture a fluororesin baked body with a complex shape through a simple manufacturing process by mixing fluororesin powder and at least a kind of low temperature decomposition binder, and subjecting the mixture to injection-molding, and then baking the molded body after a degreasing treatment.

CONSTITUTION: A mixture is made by blending a powder of fluororesin. e.g. PTFE (polytetrafluoroethylene), PEA (tetrafluoroethylene-perfluoroalkylvinylether copolymer), FEP (tetrafluoroethylene /hexafluoropropene copolymer) and at least a kind of low temperature decomposition binder. The mixture is subjected to injection molding, and then the molding is baked after a degreasing treatment,

thereby obtaining a baked body with a desired shape. In the manufacture described above, for fluororesin, one having a melting viscosity of 10^5 - 10^{13} poise is used, and for a low temperature binder, an organic binder having a decomposition temperature of 100-320°C is used.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-262693

(43)公開日 平成6年(1994)9月20日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 9 C 69/02		7344-4F		
45/00		7344-4F		
67/04		7344-4F		
// C 0 8 L 27/18	L G K	9166-4 J		
B 2 9 K 27:12				

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 8 頁)

(21)出願番号	特願平5-50913	(71)出願人	000002853 ダイキン工業株式会社 大阪府大阪市北区中崎西2丁目4番12号 梅田センタービル
(22)出願日	平成5年(1993)3月11日	(72)発明者	出森 健二郎 大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン 工業株式会社淀川製作所内
		(72)発明者	山口 貞充 大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン 工業株式会社淀川製作所内
		(72)発明者	左右田 義浩 大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン 工業株式会社淀川製作所内
		(74)代理人	弁理士 朝日奈 宗太 (外1名)

(54)【発明の名称】 フッ素樹脂焼結体の製造法

(57)【要約】

【目的】 所望の形状のフッ素樹脂焼結体を効率的にうる方法を提供する。

【構成】 フッ素樹脂の粉末と少なくとも1種の低温分解性バインダーを混合し、混合物を射出成形したのち、成形体を脱脂処理してから焼結することを特徴とするフッ素樹脂焼結体の製造法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 フッ素樹脂の粉末と少なくとも1種の低温分解性バインダーを混合し、混合物を射出成形したのち、成形体を脱脂処理してから焼結することを特徴とするフッ素樹脂焼結体の製造法。

【請求項2】 前記フッ素樹脂の熔融粘度が $10^5 \sim 10^{13}$ ポアズである請求項1記載のフッ素樹脂焼結体の製造法。

【請求項3】 前記フッ素樹脂がPTFE、PFAまたはFEPである請求項1または2記載のフッ素樹脂焼結体の製造法。

【請求項4】 前記低温分解性バインダーが分解温度 $100 \sim 320^\circ\text{C}$ の有機系バインダーである請求項1、2または3記載のフッ素樹脂焼結体の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、効率的な射出成形法を利用してポリテトラフルオロエチレン（PTFE。以下同様）などのフッ素樹脂の焼結体を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】従来、実用化されているPTFE樹脂は、熔融状態となる 380°C においても熔融粘度が 10^{13} ポアズと極めて高いために押出成形や射出成形により任意の形状の成形体とすることができない。

【0003】よって、ある形状の焼結体をえようとするばあい、まず、原料のPTFE樹脂粉末を常温でそのまま予備成形し、予備成形体をPTFE樹脂の融点以上である $360 \sim 390^\circ\text{C}$ に加熱して焼結する。予備成形には圧縮成形法、ラム押出成形法、押出助剤を用いるペースト押出法などが用いられるが、いずれの方法も形状自由度が乏しいので、所望の形状の焼結体をうるために、焼結された予備成形体を切削加工している。

【0004】このように加工サイクルが長いので、所望の形状のPTFE樹脂焼結体の製造はコストが高くつく。また、複雑な形状のばあい切削加工が困難である。

【0005】これらの問題は、PTFE以外の熔融粘度が $10^5 \sim 10^{13}$ ポアズのフッ素樹脂についても存在する。

【0006】本発明は前記問題点に鑑みなされたものであり、その目的は、所望の形状のフッ素樹脂焼結体を効率的にうる方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、フ

* フッ素樹脂粉末と少なくとも1種の低温分解性バインダーを混合し、混合物を射出成形したのち、成形体を脱脂処理してから焼結することを特徴とするフッ素樹脂焼結体の製造法に関する。

【0008】

【作用および実施例】本発明の製造法によれば、それ自体は射出成形が困難な熔融粘度が $10^5 \sim 10^{13}$ ポアズのフッ素樹脂も射出成形を利用してフッ素樹脂焼結体とすることができる。それ以外の熔融粘度のフッ素樹脂も、使用するバインダーの分解温度より融点が高いということを経験的に用いることができる。

【0009】本発明において熔融粘度とは、PTFEのばあいは、サーモフレックス試料下位置TMA（理学電機（株）製）を用いてつぎの方法により測定した比熔融粘度、PTFE以外のフッ素樹脂のばあいは、キャピラリーフローテスト（株）島津製作所製）を用いてつぎの方法により測定した熔融粘度を意味する。

【0010】測定方法（1）；PTFEのばあい：比熔融粘度（温度 380°C 、荷重 0.8 kg/cm^2 ）
「サーモフレックス試料下位置TMA」（理学電機（株）製）を用いて以下の手順でクリープ試験を行ない測定する。

【0011】まず、試料をつぎの方法で作製する。内径 50 mm の円筒形の金型に、 80 g の粉末を紙片に挟んで充填し、約 30 秒間徐々に圧力をかけて最終圧力約 352 kg/cm^2 となるようにし、この圧力に 2 分間保つ。つぎに金型から成形体を取り出し、 371°C に昇温した空気電気炉中で 90 分間焼成し、つづいて 1°C/分 の速度で 250°C まで降温し、この温度で 30 分間保った後取り出す。この円柱形の焼成体を側面に沿って切削加工し、厚さ 0.5 mm の帯状シートをうる。

【0012】このシートから、幅 $4\text{ mm} \sim 5\text{ mm}$ 、長さ 15 mm の小片を切り取り、幅と厚さを正確に測定し、断面積を計算する。小片の両端に試料装着金具を装着間距離が 1.0 cm になるように取り付ける。この金属-試料のアセンブリを円柱状の炉に入れ、 20°C/分 の速度で室温から 380°C にまで昇温し、この温度（ 380°C ）を保持する。約 5 分間保持したのち、約 15 g の負荷をかける。伸びの時間変化の曲線から、負荷後の 60 分～ 120 分の間の伸びを読み取り、時間（ 60 分）に対する割合を求める。比熔融粘度は、つぎの関係式から計算する。

【0013】

【数1】

$$\eta = \frac{W \times L_r \times g}{3 \times (dL_r/dT) \times A_r}$$

但し、 η = 比溶融粘度 (ポアズ)

W = 引っ張り荷重 (g)

L_r = 試料の長さ (380°C) (cm)

g = 重力の定数 980cm/秒²

dL_r/dT = 60分～120分の間の伸びの時間に対する割合 (cm/秒)

A_r = 試料の断面積 (380°C) (cm²)

ここで、別に求めた熱膨張の測定から、 L_r/A_r は次式を用いて計算することができる。

$L_r/A_r = 0.80 \times L$ (室温での長さ)

$/A$ (室温での断面積)

【0014】測定方法(2)；PTFE以外のフッ素樹脂のばあい：キャピラリーフローテスト (株) 島津製 * 溶融粘度を測定する。
作所製) を用いて、各フッ素樹脂を以下の温度・荷重で * 20 【0015】
【表1】

表 1

フッ素樹脂	温度 (°C)	荷重 (kg/cm ²)
P F A	380	7
F E P	380	7
P C T F E	240	100
P V D F	230	7
E T F E	300	7
E C T F E	300	7

【0016】溶融粘度が $10^5 \sim 10^{10}$ ポアズのフッ素樹脂としては、たとえば、テトラフルオロエチレン (TFE)、パーフルオロアルキルビニルエーテル、ヘキサフルオロプロペン、クロロトリフルオロエチレンもしくはビニリデンフルオライドの単独重合体またはそれらの2種以上からなる共重合体、あるいはTFEとエチレンとの共重合体、クロロフルオロエチレンとエチレンとの共重合体などがあげられる。具体的には、PTFE、テトラフルオロエチレン/パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体 (PFA)、テトラフルオロエチレン/ヘキサフルオロプロペン共重合体 (FEP)、ポリクロロトリフルオロエチレン (PCTFE)、ポリフッ化ビニリデン (PVDF)、エチレン/テトラフルオロエチ

※レン共重合体 (ETFE)、クロロトリフルオロエチレン/エチレン共重合体 (ECTFE) などがあげられる。より好ましくは、PTFE、PFA、FEPがあげられる。その理由は、使用する低温分解性バインダーの分解温度とフッ素樹脂の融点の温度差が大きく、脱脂、焼結が容易に行なわれうるからである。

【0017】溶融粘度が 10^5 ポアズ未満のフッ素樹脂は、従来より通常行なわれている射出成形が可能であり、 10^{10} ポアズを超えるフッ素樹脂は脱脂、焼結後の融着がやや困難である。

【0018】PTFE樹脂粉末には、たとえばTFEの単独重合体、2重量%以下の共重合性単量体で変性されたTFEの共重合体の粉末が含まれる。この変性剤とし

ては、炭素数3～6のパーフルオロアルケン（たとえばヘキサフルオロプロピレン）、炭素数3～6のパーフルオロ（アルキルビニルエーテル）（たとえばパーフルオロ（プロピルビニルエーテル））などがあげられる。これら変性共重合体は、PTFE単独重合体と同様に、通常の方法で押出成形、射出成形することはできない。粉末の平均粒子径は1000 μ m以下、好ましくは0.01～500 μ m、より好ましくは0.1～50 μ mである。平均粒子径が1000 μ mより大きいと接触面積が小さくなり機械的強度が低下する傾向にある。

【0019】前述のフッ素樹脂粉末に混合される低温分解性バインダーは、射出成形工程を円滑に進行させるように機能するものである。すなわち、射出成形時ににおいて、可塑化されたバインダーの流動特性により、熔融粘度が高くてそれ自体は流動しないフッ素樹脂粉末に流動性が与えられ、金型内部にフッ素樹脂粉末が良好に導かれ、また、バインダーが冷却固化すると、その分子間凝集力によりフッ素樹脂粉末が金型の形状に固定される。脱脂時には、バインダーは加熱により容易に熱分解し、炭化物、灰分を残さず除去することができるが、バインダーが溶剤に易溶のばあいには、溶剤抽出を行ってからバインダーを熱分解により除去することもできる。脱脂後の成形品は多孔質体である。また、焼結時には、フッ素樹脂が熔融し、全体が均一に収縮して焼固まり、フッ素樹脂の高密度体がえられる。この均一収縮のためには、バインダーはフッ素樹脂粉末を均一に分散できるものであることが好ましい。

【0020】この低温分解性バインダーとしては、分解温度100～320℃の有機系バインダーが好ましい。分解温度が150～300℃のものがより好ましい。ここで、分解温度は、熱重量測定装置を使用し、空气中で昇温速度を10℃/分として測定した分解開始温度を意味する。分解温度が320℃より高くなるとバインダー除去のための脱脂処理において分解温度以上に加熱したときにフッ素樹脂が熔融して脱脂が困難になり、100℃より低くなるとバインダーが揮発しやすくなり射出成形できなくなる傾向がある。これらの条件を満たす低温分解性バインダーとしては、たとえばフタル酸ジメチル、フタル酸ジエチル、フタル酸ジプロピル、フタル酸ジブチル、フタル酸ジオクチル、ステアリン酸、ポリメタクリル酸メチル、ポリメタクリル酸エチル、ポリメタクリル酸プロピル、ポリメタクリル酸ブチル、ポリメタクリル酸オクチル、ポリエチレングリコール、パラフィンワックス、低分子量ポリ α -メチルスチレン、低分子量ポリオキシメチレン、スチレンオリゴマー、エチレンオリゴマー、プロピレンオリゴマーなどをあげることができる。射出成型時の離型性や脱脂のしやすさなど、取扱いやすさの点で、より好ましくはステアリン酸、ポリメタクリル酸メチル、ポリメタクリル酸エチル、ポリメタクリル酸プロピル、ポリメタクリル酸ブチル、ポリメ

タクリル酸オクチル、ポリエチレングリコール、パラフィンワックス、低分子量ポリ α -メチルスチレン、低分子量ポリオキシメチレンなどがあげられる。

【0021】これらの有機系バインダーは、単独または2種以上組み合わせて使用してもよく、熱分解により脱脂されるが、溶剤に易溶のばあいには、溶剤でほとんどのバインダーを抽出除去したのち、残りを熱分解により脱脂することもできる。

【0022】バインダーは1種類であると、溶剤抽出によるバインダーの回収や加熱脱脂時の温度プログラム設定が簡素化できるが、2種類以上用いてもよく、つぎに説明するように熔融粘度が著しく低いバインダーと高いバインダーの2種類を用いることがある。

【0023】たとえばPTFE樹脂粉末は射出時の剪断応力により樹脂が容易にフィブリル化する。PTFE樹脂がフィブリル化した状態で脱脂操作を行なうと成形体に変形し希望の形状のものがえられなくなることがある。前記バインダーのうち熔融粘度が著しく低いバインダーは、このPTFEのフィブリル化を抑制する効果がある。熔融粘度が著しく低いバインダーとしては、パラフィンワックス、ポリエチレングリコールなどがあげられる。しかし、脱脂工程に入ると、たとえばパラフィンワックスは200℃あたりから主鎖がランダムに分解して分子量の高い分解物から低い分解物までを形成する特性があり、脱脂処理の際に低分子量分解物のみがガス揮散する。高分子量分解物も、その後次第に分解していき、最終的にガス揮散できる分子量まで到達するが、長時間を要し、射出成形の長所である迅速成形の要素が打ち消されてしまう可能性がある。一方、前述のバインダーのうちポリ α -メチルスチレン、ポリメタクリル酸メチル、ポリメタクリル酸エチル、ポリメタクリル酸ブチル、ポリメタクリル酸プロピル、ポリメタクリル酸オクチルなどの粉末は結合剂的効果はあるものの熔融粘度が150℃で10ポアズ以上と高いため、PTFE樹脂をフィブリル化させる欠点がある。しかし、加熱による熱分解機構が連鎖反応的で、モノマー単位に分解する特性があるために分解速度が比較的速く、短時間で脱脂を終了させることができる。したがって、前述の熔融粘度が著しく低いバインダーと前述の熔融粘度が高いバインダーを互いの欠点を補うために適当な割合で配合して使用することにより射出の際のPTFEのフィブリル化を抑制しつつ脱脂処理を短時間でこなうことが好ましい。熔融粘度が著しく低いバインダーと高いバインダーの配合割合は、それぞれのバインダーの種類によるが、100:0～0:100、好ましくは100:1～1:100である。

【0024】前述の低温分解性のバインダーの使用量はフッ素樹脂粉末との合計重量を基準に合計で13～80重量%、好ましくは18～50重量%、より好ましくは20～40重量%に設定される。使用量が13重量%よ

り少ないと、円滑に射出を行なうことができず、80重量%より多いと脱脂処理に長時間を要し、かつ成形体の引っ張り強度などの機械的特性が低下する。

【0025】また、射出成形するフッ素樹脂粉末と低温分解性バインダーの混合物に、さらにステアリルアミン、ステアリン酸、ポリエチレングリコールドデシルエーテル、パーフルオロオクチルエチルステアレートなどの分散剤やガラス繊維、カーボン繊維などのフィラーを加えてもよい。

【0026】フッ素樹脂粉末と低温分解性バインダーとの混合物は、たとえば、低温分解性バインダーをそのまま（ドライブレンド）、または適当な溶媒に溶解してフッ素樹脂粉末に添加して、たとえばスクリーンモーターなどで混合することによりえられる。フィブリル化の起こりにくいフッ素樹脂については、低温分解性バインダーとフッ素樹脂粉末とを、ロール、ニーダーなどの混練機で混ぜてもよい。適当な溶媒としては、*n*-ヘキサン、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ブチル、アセトン、メチルエチルケトン（MEK）、メチルイソブチルケトン（MIBK）、イソプロピルアルコール（IPA）、トルエン、キシレンなどがあげられる。さらに、分散剤やフィラーなどを加えるばあいも、通常の方法により添加混合されるが、前述のような有機系溶媒に分散剤などを溶解して添加することができる。

【0027】フッ素樹脂粉末と低温分解性バインダー、および要すれば分散剤やフィラーなどからなる混合物は、バインダーの滑剤効果のために、測定方法（2）により測定した熔融粘度が $10 \sim 10^5$ ポアズ、特に $10^2 \sim 10^4$ ポアズであることが好ましい。

【0028】えられた混合物の射出成形の方法は特に制限されないが、射出温度はバインダーの融点以上、特に $70 \sim 200^\circ\text{C}$ の温度とすることが好ましい。

【0029】つぎに、脱脂処理により成形体中に残留する低温分解性バインダーが加熱除去される。この脱脂処理は、通常加熱炉で行なうことができるが、特に複雑な形状の成形品の脱脂には、精密な温度、圧力などの制御機能を備えるものの方が好ましい。低温分解性バインダーは昇温段階で分解してガス揮散する。このとき昇温速度が速すぎるとガス揮散に伴って、組織が膨潤したり破壊しようとする力による変形を招くので、昇温速度は $2 \sim 35^\circ\text{C}/\text{時間}$ に設定することが好ましい。低温分解性バインダーが溶剤に易溶であれば、加熱による脱脂処理の前に溶剤抽出を行なうことにより、加熱による脱脂処理の工程を大幅に短縮することができる。パラフィンワックス、ポリエチレングリコールなどの低温分解性バインダーまたはステアリルアミン、ステアリン酸、ポリエチレングリコールドデシルエーテル、パーフルオロオクチルエチルステアレートなどの分散剤などを使用したばあい、前述のような溶媒が用いられる。

【0030】つづいて、脱脂処理された成形体を焼結す

ることによりフッ素樹脂焼結体がえられる。焼結時の加熱温度は、原料として用いるフッ素樹脂粉末の好適な水準に設定される。

【0031】本発明の製造法によりえられる焼結体は、成形不良のばあいは、脱脂以前であれば粉碎により再使用することができる。

【0032】つぎに具体的実施例をあげて本発明を説明するが、本発明はこれらに限定されない。

【0033】実施例1

10 パラフィンワックス（分解温度 200°C 、融点 63°C ）
25gとフッ素系界面活性剤（ダイキン工業（株）製）
4gを、*n*-ヘキサン150gとIPA50gの混合溶媒に溶解させ、これに平均粒子径 $25\mu\text{m}$ 、見掛け密度 0.29g/cc のPTFE樹脂粉末（ポリフロンTFE M-12、測定方法（1）による熔融粘度 10^{12} ポアズ：ダイキン工業（株）製）100gを添加し、スクリーンモーターでゆっくり攪拌しながら 80°C で加熱乾燥した。この混合物にポリメタクリル酸ブチル（分解温度 230°C 、ガラス転移温度 60°C ）の粉末9gをド
20 ライレンドで混合してコンパウンドをえた。コンパウンドの測定方法（2）による熔融粘度は 7×10^3 であ
った。

【0034】このコンパウンドを、射出成形機（（株）山城精機製作所製）を用いて、射出圧 512kg/cm^2 、射出速度 70mm/秒 、樹脂温度（コンパウンド温度） 90°C で射出成形して成形体をえた。つぎに、脱脂処理のために成形体を加熱炉（（株）ヤマト科学製 高温電気炉FP31型）に移し、 $10^\circ\text{C}/\text{時間}$ の昇温速度で昇温し、 200°C に20時間維持することによりパラフィンワックスを除去した。その後、 $10^\circ\text{C}/\text{時間}$ で昇温して 250°C で5時間維持することによりポリメタクリル酸ブチルおよびフッ素系界面活性剤の除去を行なった。また、加熱によらず、*n*-ヘキサン/IPA（重量比 $=3/1$ ）を用いてパラフィンワックスおよびフッ素系界面活性剤を溶剤抽出したのち、 $10^\circ\text{C}/\text{時間}$ の昇温速度で昇温し、 250°C に5時間維持することによりポリメタクリル酸ブチルの除去を行なった。

【0035】つぎに、脱脂処理した成形体を $70^\circ\text{C}/\text{時間}$ の昇温速度で 370°C まで昇温し、その温度に5時間維持することによりPTFE樹脂成形体を焼結して成形体を収縮させ、所望の成形されたPTFE樹脂焼結体をえた。焼結体は、白色であり、着色されていなかった。また比重は2.10であった。

【0036】コンパウンドの配合および測定結果などを表2に示す。

【0037】なお実施例および比較例におけるコンパウンドの測定方法（2）による熔融粘度の測定条件をつぎに示す。

熔融粘度

50 装置：（株）島津製作所製キャピラリーフローテスター

CFT-500C

ダイ: 8mm×2.1mm

荷重: 150kg/cm²

温度: 150℃

実施例2

ガラス繊維20gを追加したコンパウンドを調製したほかは実施例1と同様にしてPTFE樹脂焼結体をえた。コンパウンドの配合および測定結果などを表2に示す。

【0038】実施例3

測定方法(2)による熔融粘度が 5×10^6 ポアズである * 10

*るPFAを用い、表2に示すようなコンパウンドの配合で実施例1と同様にしてPFA樹脂焼結体をえた。測定結果を表2に示す。

【0039】実施例4

測定方法(2)による熔融粘度が 10^6 ポアズであるFEPを用い、表2に示すようなコンパウンドの配合で実施例1と同様にしてFEP樹脂焼結体をえた。測定結果を表2に示す。

【0040】

【表2】

表 2

項目／例	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4
配 合 (重量部)	PTFE粉末 (粒子径25 μ m)	PTFE粉末 (粒子径25 μ m)	PFA粉末 (粒子径30 μ m)	FEP粉末 (粒子径40 μ m)
	パラフィンワックス	ガラス繊維	パラフィンワックス	パラフィンワックス
	ポリメタクリル酸 ブチル粉末	20 パラフィンワックス 25 ポリメタクリル酸 ブチル粉末	25 ポリメタクリル酸 ブチル粉末	25 ポリメタクリル酸 ブチル粉末
	フッ素系界面活性剤	9 フッ素系界面活性剤	9 フッ素系界面活性剤	9 フッ素系界面活性剤
	合 計	4 138	4 138	4 138
配合物の 溶解粘度 (ポアズ)	$7 \times 10^3 / 150^\circ\text{C}$	$5 \times 10^3 / 150^\circ\text{C}$	$5 \times 10^3 / 150^\circ\text{C}$	$5 \times 10^3 / 150^\circ\text{C}$
射出成形	可/90 $^\circ\text{C}$	可/90 $^\circ\text{C}$	可/90 $^\circ\text{C}$	可/90 $^\circ\text{C}$
溶剤抽出	可	可	可	可
加熱脱脂	可	可	可	可
焼結体	なし	なし	なし	なし
着色	なし	なし	なし	なし
比重	2.10	2.14	2.12	2.11
フッ素樹脂 粉末の溶解 粘度(ポアズ)	10^{12}	10^{12}	5×10^6	10^6
射出成形時 の温度($^\circ\text{C}$)	90	90	90	90

備考 溶解粘度(ポアズ)の測定法

PTFE単独のばあい:「比溶解粘度」法

配合物およびPTFE以外のフッ素樹脂のばあい:「キャピラリーフローテスト」法

【0041】比較例1、2および3

表3に示すようにコンパウンドの配合を代えた以外は実施例1と同様にしてPTFE樹脂焼結体をえた。ただし、比較例2および3では射出温度(樹脂温度)250 $^\circ\text{C}$ で射出をおこなった。コンパウンドの配合および測定結果などを表3に示す。なお、比較例1および2において *

* て用いたポリブチレンテレフタレートは218～219 $^\circ\text{C}$ であり、分解温度は390 $^\circ\text{C}$ であり、えられた焼結体は、コンパウンドの白色とは異なる黒色に着色していた。

【0042】

【表3】

表 3

項目／例	比較例 1	比較例 2	比較例 3
配 合 (重量部)	PTFE 粉末 (粒子径 25 μm)	PTFE 粉末 (粒子径 25 μm)	PTFE 粉末 (粒子径 25 μm)
	ポリブチレン	ポリブチレン	
	テフタレート	テフタレート	
	フッ素系界面活性剤	フッ素系界面活性剤	
	100	100	100
	80	80	100
	4	4	
	合計	合計	
	184	184	
配合物の 溶融粘度 (ポアズ)	測定不可／150℃	5 × 10 ⁴ / 250℃	測定不可／250℃
射出成形	不可／90℃	可／250℃	不可／250℃
溶剤抽出	-	不可	-
加熱脱脂	-	不可	-
焼結体	着色	あり	-
	比重	1.52	-
フッ素樹脂 粉末の溶融 粘度 (ポアズ)	10 ¹²	10 ¹²	10 ¹²
射出成形時の 温度 (℃)	90	250	250

備考 溶融粘度 (ポアズ) の測定法
PTFE 単独のばあい：「比溶融粘度」法
配合物および PTFE 以外のフッ素樹脂のばあい：「キャピラリーフローテスト」法

【0043】

【発明の効果】本発明の方法によれば、成形を射出成形により行なうので、切削加工では成形困難な複雑な形状のフッ素樹脂焼結体をうることができる。また、切削加工工程を適用しないために、余分な樹脂を削り取る無駄がなく、製造工程も簡略化されるので製品の大幅なコス

* トダウンが可能である。

【0044】本発明によれば、フッ素樹脂の融点以下の温度で溶融し射出成形するので、フッ素樹脂は1種のファイラーとみなされ、低温分解性バインダーが流動性、保形性を付与する。このとき、バインダーが室温で固体であれば離型性もよくなる。